

(19) 日本国特許庁 ( J P )

## (12) 公表特許公報 ( A )

(11) 特許出願公表番号

特表2003-507120

( P2003-507120A )

(43) 公表日 平成15年2月25日 (2003. 2. 25)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

データベース\* (参考)

A 6 1 C 5/08

A 6 1 C 5/08

13/00

13/00

B

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 19 頁)

(21) 出願番号 特願2001-517957(P2001-517957)  
 (86) (22) 出願日 平成12年8月24日(2000. 8. 24)  
 (85) 翻訳文提出日 平成14年2月25日(2002. 2. 25)  
 (86) 国際出願番号 P C T / N L 0 0 / 0 0 5 8 5  
 (87) 国際公開番号 W O 0 1 / 0 1 3 8 1 4  
 (87) 国際公開日 平成13年3月1日(2001. 3. 1)  
 (31) 優先権主張番号 1 0 1 2 8 9 7  
 (32) 優先日 平成11年8月24日(1999. 8. 24)  
 (33) 優先権主張国 オランダ (NL)

(71) 出願人 ネーデルランドセ オルガニサティエ フ  
 ォール トエゲバストナトールヴェテンシ  
 ャッベリク オンデルゾエク ティエヌオ  
 ー  
 オランダ国, 2628 ブイケー デルフト,  
 ショエマケルストラート 97  
 (72) 発明者 フィーンストラ, フリツ, コーネリス  
 オランダ国, 2642 ディーアーール ピー  
 ナッカー, ローザ マヌスラーン 48  
 (74) 代理人 弁理士 松井 光夫

(54) 【発明の名称】 歯用要素の調製法

(57) 【要約】

本発明は、歯冠のような機能的歯用要素を製造する方法に関する。本発明に従い、三次元プリント技術が使用される。本発明の主要な利点は、鋳型はもはや必要とされず、これがコストのかなりの節約を必然的に伴うこと、大きな正確性が達成されること、及び要素が種々の材料で製造され得ることである。

**【特許請求の範囲】**

【請求項1】三次元プリント技術が使用されることを特徴とする、機能的歯用要素を製造する方法。

【請求項2】レーザー技術または他の光学走査技術を使用して、患者について歯用要素の形状及び寸法が測定される、特許請求の範囲第1項記載の方法。

【請求項3】レーザー技術が形状及び寸法に関する電子形式のデータを与える特許請求の範囲第2項記載の方法。

【請求項4】好適な物質の層が逐次互いの上に施与され、その際に、各層が先行する層に所望の場所で接着し、過剰の接着していない物質が除去されるように手段がとられる特許請求の範囲第1項～3項のいずれか一つに記載の方法。

【請求項5】好適な物質が粉末であり、且つ層間の接着がバインダー手段により具現化される特許請求の範囲第4項記載の方法。

【請求項6】バインダーを特定の所望の場所に施与するプリントヘッドを、測定により得られたデータに基づいて制御するために、コンピューターが使用される特許請求の範囲第5項記載の方法。

【請求項7】バインダーが、コロイダルシリカ、ポリ酢酸ビニル（PVA）、澱粉接着剤、アクリレート、ポリビニルアルコール、ポリエチレンオキサ이드（PEO）、エチレンビニルアセテート（EVA）及びこれらの誘導体の群から選択される特許請求の範囲第5項又は6項記載の方法。

【請求項8】粉末が、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{Ba}_2\text{O}$ 、 $\text{CrO}_2$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{BaO}$ 、 $\text{CeO}_2$ 、 $\text{La}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、または他のセラミック材、及びこれらの組み合わせ、及び金、白金、パラジウム、ニッケル、クロム、鉄、アルミニウム、モリブデン、ベリリウム、銅、マグネシウム、コバルト及びスズの合金、または他の金属、及び金属とセラミック材の組み合わせの群から選択される特許請求の範囲第5～7項のいずれか一つに記載の方法。

【請求項9】層がドクターブレードで施与される特許請求の範囲第5～8項のいずれか一つに記載の方法。

【請求項10】粉末が分散された形態で施与される特許請求の範囲第5～9

項のいずれか一つに記載の方法。

【請求項11】一つの層において、異なる性質の粉末が使用される特許請求の範囲第10項記載の方法。

【請求項12】一つの層において、異なる色彩の粉末が使用される特許請求の範囲第11項記載の方法。

【請求項13】少なくとも一つの層が組成において他と異なる特許請求の範囲第10～12項のいずれか一つに記載の方法。

【請求項14】粉末がコンピューター制御されたノズルで局部的に施与される特許請求の範囲第11～13項のいずれか一つに記載の方法。

【請求項15】歯用要素が400～800℃の温度で10分間～3時間の期間焼結される特許請求の範囲第5～14項のいずれか一つに記載の方法。

【請求項16】焼結後にガラス・セラミック又はポリマーでの溶浸が遂行される特許請求の範囲第15項記載の方法。

【請求項17】歯用要素が、グラインダーがけ、やすりがけ、研磨、サンディング、ブラスト仕上げにより又はボールベッドによる処理により追加的に造形される特許請求の範囲第1～16項のいずれか一つに記載の方法。

【請求項18】特許請求の範囲第1～17項のいずれか一つに記載の方法により得られる歯用要素。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、機能的歯用要素を調製する方法及び斯かる方法により入手し得る歯用要素に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

歯冠のような歯用要素は、主に歯構造を置換し又は矯正するために臨床行為に使用される。これは、部分的に又は全体的に失われた歯又は臼歯に関係しうる。今日まで、斯かる要素のための材料が、特に技術的／物理的及び化学的性質について調査されてきた。加えて、現在では、生物学的な側面が、ますます重要な役割を演じている。

## 【0003】

歯用要素は、種々の物質から作られ得る。例としては、ポリマー、金属、複合物、磁器と金属の組み合わせ、磁器及びその他のセラミック材が含まれる。ガラス及びセラミック材は、歯用要素用材料として理想的なグループを形成する、何故なら、それらは硬質であり、高い耐磨耗性を有し、多くの媒体中で化学的に不活性（生体適合性）であり、かつ審美的な歯用要素に簡単に成形され得るからである。しかしながら、これらの材料の広範な適用は、しばしば製造プロセスにおける制限及び材料選択の制限の結果をもたらしところの固有の脆性によって妨げられる。最近の開発により、より脆性の小さい種々のセラミック系、たとえば種々の組成の焼結セラミック、ガラス溶浸（glass-infiltrated）セラミック及びガラスセラミックがもたらされた。

## 【0004】

実際の歯用要素の製造は、複雑で、時間を要する仕事である。関与する製品は、要素の正確な形は個人毎に各歯又は臼歯について異なるので、各人ベースで製造される。使用されてきた慣用の技術は、しばしば、鋳型を使用する。この鋳型は典型的には一度だけしか使用され得ないので、これらの技術が、非常にコストが掛かるのは明白であろう。

## 【0005】

過去において、歯用要素の製造プロセスの単純化をおそらく可能にするであろう技術が提案された。すなわち、アベ等は、Int. J. Japan Soc. Prec. Eng., 1996年、第30巻、3号、278～279頁において、チタンを用いる選択的レーザー焼結(SLS)を遂行することを提案した。しかしながら、この技術は、しばしば収縮を生じさせる。また、その技術を機能的歯用要素の製造に不適当にする微小亀裂が、形成され得る。ヨーロッパ特許出願第0311214号においては、ミリング(milling)により歯冠を作成することが提案された。ミリングは、着色された要素を作成する可能性を提供しない。更に、ミリングにより加工され得る好適な物質の選択は、限られている。記載されたように、セラミック材は、それらが硬質であり、高度に耐磨耗性であり、多くの条件下で不活性であるので、歯用要素を製造するのに理想的な材料のグループを形成する。

## 【0006】

米国特許第5,690,490号明細書は、所謂ピンヘッドモールディング(pinhead molding)による歯用要素用の概念模型を製造する方法を記載する。その方法は、一種のマトリックスプリント技術の使用に関し、それにより物質が噴霧される。印刷機は、CAD/CAMプログラムで制御される。このプログラムが利用するデータは、置換されるべき歯又は臼歯のレーザー走査から得られた。

## 【0007】

米国特許第5,823,778号明細書において、歯用要素の製造方法が記載され、それにより患者の歯の印象が得られ、これは続いて歯用要素のコピーを作るための鋳型として使用される。この要素は層に分解され、各層は走査されて、歯用要素の三次元コンピューター模型を得る。

## 【0008】

## 【発明が解決しようとする課題】

本発明の一つの目的は、それにより機能的歯用要素が柔軟な且つ効率的なやり方で製造され得る技術を提供することである。他の目的は、鋳型を使用せず、かつ重合体、金属又はセラミック材又はこれらの組み合わせの歯用要素の製造を可能にする技術の提供である。

## 【0009】

## 【課題を解決するための手段】

驚くべきことに、上記の目的は、三次元プリント技術を利用して歯用要素を製造することにより達成される。

## 【0010】

三次元プリント技術はそれ自身知られており、なかんずく、ヨーロッパ特許出願第0431924号、米国特許第5,902,441号、国際特許出願第94/19112号、97/26302号及び98/51747号において記載されている。その技術の詳細な記載のために、既述した文献が参照され、それ故、ここに挿入されていると理解されるべきである。

## 【0011】

本発明に従う方法は、原則として全ての種類の歯用要素を製造するために好適である。例としては、歯冠（前及び側歯）、インレイ（inlay）、オーバーレイ（overlay）、オンレイ（onlay）、部分歯冠、固定及び張り合わせが含まれる。

## 【0012】

好ましくは、歯用要素が置換され／挿入されるべき患者において、要素がどんな形状を有すべきかが最初に正確に測定される。しばしば、もし可能であるならば、出発点は、歯又は臼歯の形状であり、或いは置換さるべきそれらの部分であろう。測定は、出来るだけ患者に不都合を生じさせないような仕様でなされるのが好ましい。歯用要素のための形状を測定する特に適する技術は、光学走査技術、特にレーザーを使用する。電子的形態で、望ましい形状及び寸法に関するデータがそれにより得られ、これはコンピューターにおいて直接に視覚化され得る。歯用要素の形状及び寸法についての電子的データは好ましくは、三次元プリント技術の実行を制御するためにコンピューターにより使用される。測定の別の適する方法は、C E R E C-技術、シロナデンタルシステムズ社（Sirona Dental Systems GmbH）、ドイツ国、ベンシェイムによるものである。

## 【0013】

三次元プリント技術において、好適な物質が逐次的に層で適用され、そのさい

に各層が特定の望まれる場所においてだけ先行層に接着することを確実にするよう特定の工程が採られる。これらの特定の工程は、歯用要素の望まれる形状により決定され、好ましくは上記した電子的データにより制御される。

【0014】

本発明に従い、上述の特定の工程において、バインダーが使用される。このバインダーは、望まれる特定の場所においてだけ先行層に適用される。それから歯用要素が造形されるべき例えばセラミック材の層がバインダーに適用されるとき、これは望まれる場所にだけ接着するであろう。従ってバインダーと接触しない接着していない粉末は、簡単に除去され得る。

【0015】

バインダーは好ましくは、測定により得られたデータに基づいてコンピュータにより制御されるプリントヘッドにより所望場所に適用される。その後、歯用要素の製造のために選択された材料の粉末が、適用される。

【0016】

また、順序を逆にして作業し、プレートの底面にバインダーの層を備え、その後バインダーを粉末中に浸すことも可能である。この最後の変形においては、単純な仕様で異なる種類の粉末が異なる層のために使用され得る。両方の場合とも、粉末は、バインダーが適用された場所にのみ結合するだろう。これらの工程を十分な回数繰り返すことにより、ついに歯用要素の望まれる形状が得られる。最後にバインダーは、焼結により除去されることができる。

【0017】

この方法に対する代替法に従い、最初にバラバラな粉末が粉末床に置かれ、その後バインダーが局所的に適用されて望まれる場所において結合を得る。したがって、実際に、バインダー及び粉末は任意の逐次的順序で適用され得る。

【0018】

仕事が行なわれる基体は、バラバラな粉末の数層により形成されることができ、その結果、形成されるべき歯用要素は容易に基体から分離されうる。焼結において、好ましくは非接着性基体、例えば金属プレートが使用される。

【0019】

レーザー技術の助けによる測定により得ることが出来るデータの正確性の故に、またこれらデータに基づいてコンピューターがプリントヘッドを制御できる正確性の故に、歯用要素の望まれる形状及び寸法が、非常に正確な仕様で入手され得る。旧式の技術においては、鑄型において形成された後に数回追加的に歯用要素を形作ることが必要であったが、本発明に従う方法においては通常、単一回数の追加的造形を遂行するので十分である。歯用要素のために選択された材料に依存して、この追加的造形は、グラインダーがけ、やすりがけ、研磨、サンディング、ブラスト仕上げにより又はボールベッド（摩耗性ボールを有する振動箱）により遂行され得る。

#### 【0020】

本発明に基づく方法において使用されるバインダーは、好適な溶媒に可溶性であるべきであり、1~40 mPa s、好ましくは約3 mPa sの粘度及び3~10重量%の含量を有する溶液になるべきである。従って、バインダーは、好ましくは比較的低分子量を有する。好適なバインダーの例は、コロイダルシリカ、ポリ酢酸ビニル（PVA）、澱粉接着剤、アクリレート、ポリビニルアルコール、ポリエチレンオキシド（PEO）、エチレンビニルアセテート（EVA）及びこれらの誘導体である。

#### 【0021】

バインダーにおいて、しばしば着色剤が使用されるであろう。通常、好適な着色剤は、それらを耐熱性にする高含量のSiO<sub>2</sub>を有する無機顔料を基礎にしている。これらの物質は、それ自身知られており、例えば、カルメン(Carmen)、エスプリデント社(Esprident GmbH)、ドイツ国、イスプリングエン又はVITAツアーンファブリクH、ロウター社(Zahnfabrik H. Rauter GmbH & co.)、ドイツ国、パッドツェキゲンから商業的に入手可能である。好ましくは1以上の次の着色剤が使用される：SiO<sub>2</sub>、CoO、ZnO、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、TiO<sub>2</sub>、Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>及びMnO<sub>2</sub>。望まれる歯科用色彩に依存して、着色剤は好ましくは、粉末の重量を基準にして10重量%までの量で使用される。もし望むのであれば自然の光学的深み作用を与える透明外層を伴い、歯用要素内の異なる点に異なる色彩が使用され得ることは、本発明の特別の利点である。これら且つ他の利点



のお陰で、歯用要素は非常に忠実に真の歯又は白歯に類似する。

#### 【0022】

上述のように、このバインダーはプリントヘッドを用いて好適な基体に適用され得る。プリントヘッドは、歯用要素の目的で患者についての事前測定を通して得られたデータを基礎にしてコンピューターにより制御される。好適なプリントヘッドの例は、例えば、連続式又はドロップ - オン - デマンド (drop-on-demand) 式インクジェットヘッドである。該プリントヘッドは、好ましくは10~100  $\mu\text{m}$ 、より好ましくは25~75  $\mu\text{m}$ の直径且つ50~150  $\mu\text{m}$ の長さを有する噴霧ノズルを有する。

#### 【0023】

使用される粉末は、歯用要素が最終的にそれから作られる物質に基づいて選択される。粉末は、乾燥形態および分散形態(スラリー)双方で使用され得る。分散物は、好ましくは水又は水性溶液中で調製される。加えて、イソプロパノールのような幾つかの有機溶媒が使用され得る。当業者は、彼の標準的知識を基礎として好適な溶媒を選択することが出来るだろう。粉末粒子の大きさに依存して、粉末のコロイダル溶液を、例えば、塩基、塩及び/又は界面活性剤の添加により、調製することは望ましいことであり得る。粉末が分散形態で適用されるとき、好ましくは次の層が適用される前に乾燥工程がその度に行われる。

#### 【0024】

本発明の好ましい態様に従い、各層において異なる性質の数種の物質が使用される。また、適用される層毎に粉末組成を変更することが可能であり、ある種の環境下では非常に好ましいことである。もし層毎に一種類の物質が適用されるならば、しばしばドクターブレード(スラリー)又は逆回転ローラ(乾燥粉末)が使用される。もし層毎に一種類より多い物質が適用されるならば、これは、好ましくは一つ又は数種の物質を適用することができる1以上のコンピューター制御されたノズルを用いて、局部的に適用される。該物質は、お互い色彩又は性質が異なることが出来る。ここで考慮されるべきことは、例えば、(誘)電氣的又は圧電特性である。本態様によれば、物質は、好ましくはスラリーの形態で適用される。

## 【0025】

本発明に従い、異なる種類の物質、特にセラミック材及び金属双方が使用され得る。その物質をバインダーに適切に施与できるためには、その物質は、好ましくは粉末形である。粉末粒子の大きさに依存して、粉末は乾燥形態又は分散形態（スラリー）で適用されるであろう。比較的微細な粉末は、歯用要素の望まれる形状を達成する上でより多大の正確性をもたらす。好ましくは、粉末は $1\text{ nm} \sim 50\text{ }\mu\text{m}$ 、より好ましくは $50\text{ nm}$ より小さい、更により好ましくは $10\text{ nm} \sim 25\text{ nm}$ の平均粒子大きさ（直径）を有する。これの利点は、焼結が短時間で且つ比較的低温で遂行され得ることである。言及されている粒径は、形成されるべき歯用要素の形および焼結性に肯定的効果を有することが見出された。

## 【0026】

粉末は、歯用要素を形成するのに慣用的に使用される任意の物質から調製され得る。この目的のために、特に金属及びセラミック材及びこれらの組み合わせが好適である。

## 【0027】

セラミック材が歯用要素を形成するのに使用されるとき、これは、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{Ba}_2\text{O}$ 、 $\text{CrO}_2$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{BaO}$ 、 $\text{CeO}_2$ 、 $\text{La}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$ 及びこれらの組み合わせの群から選択されることが好ましい。任意的に、セラミック組成物は、更にF又は $\text{P}_2\text{O}_5$ を含有することができる。特に好適なセラミック材は、商業的に入手し得る組成物、ビタデュール（Vitadur：商標）、IPSエンプレス（Empress：商標）、ディコール（Dicor：商標）、IPSエンプレスII、セレストン（Cerestone：商標）、セレパール（CerePearl：商標）及びインセラム（In-Ceram：商標）である。

## 【0028】

金属が、歯用要素を形成するために使用されるとき、これは、好ましくは金、白金、パラジウム、ニッケル、クロム、鉄、アルミニウム、モリブデン、ベリリウム、銅、マグネシウム、コバルト及びスズの合金の群から選択される。任意的に、斯かる合金は、珪素を含有することができる。好適な合金の記載については

、J. P. モファ(Moffa)による、「歯科学における金合金への代替」、DHE V Publication N. (NIH) 77~1227頁、が参照される。

#### 【0029】

もし望むのであれば、潤滑剤が、層への粉末の施与を容易にするために粉末に添加されることができる。好適な潤滑剤の例は、ステアリン酸又はステアリン酸亜鉛又はカルシウム等のステアリン酸誘導体である。潤滑剤は、好ましくは粉末の重量を基準にして1~2重量%の量で使用される。

#### 【0030】

上述したように、好ましくは、交互に、バインダーの層が適用され、そして粉末の層がそれに適用される。粉末層の厚さは、好ましくは0.01~0.3mm、より好ましくは20~100 $\mu$ mであり、これは層の高さ輪郭が僅かに相違する場合の表面品質にとって有益である。粉末の単位面積当たりのバインダーの量は、かなり重要であるが、使用されるバインダー及び粉末の性質に対し当業者により単純に調整され得るものである。通常はバインダーの量は、粉末の平方センチメートル当たり0.005~0.3グラムであるだろう。かくして、望まれる歯用要素が一層ずつ構成される。

#### 【0031】

最後の層が適用されたとき、結合されていない過剰の粉末は除去される。これは、粉末床全体を取り出し、それをひっくり返し、穏やかに振動させることにより行うことが出来る。残存物は、例えば圧縮空気で吹き飛ばすことにより除去され得る。その後、粉末粒子は、焼結により互いに結合され得る。好ましくは焼結前に、脱バインダー工程、即ちバインダーを除去する処理が遂行される。脱バインダーは、熱又はヘキサン等の適当な溶媒を用いて遂行され得る。大部分のバインダーは比較的複雑な組成を有しているので、脱バインダーは、好ましくは温度経路(path)(例えば20から500℃)を使用して加熱により起きる。斯かる加熱工程は、単純に焼結工程と連結され得る。

#### 【0032】

焼結が行われる時間及び温度は、使用されるバインダー及び粉末の性質に依存

するであろう。焼結の時間は通常、10分間～3時間であり、温度は典型的には400～800℃であろう。ネック(necks)だけが形成されるように焼結することにより、焼結工程による収縮は、最小／無視し得るものである。任意的に、斯かる収縮は、CAD模型を拡大縮尺することにより補償され得る。

#### 【0033】

焼結の後で、得られた製品は、好ましくは溶浸されて、それにより第二の層が製品中に導入される。結果として、製品の多孔度はかなり減少される。99%を超える密度が、実現可能である。溶浸は、例えばオープン中で遂行されることが出来、それにより溶浸物質が、歯用要素に対して置かれる。溶浸物質は、歯用要素の材料より低い温度で溶融する。毛細管現象を通して、液状溶浸物質は、注入される(吸着される)。この工程は比較的短い時間続き、歯用要素に望まれる性質を与える。このための好適な物質は、例えば、ガラス-セラミック又はポリマーである。好ましくは、標準ADA No. 15 ANSY MD 156.15-1962(本明細書のここに挿入されていると理解されるべきである)において記載されるような、歯用要素での使用が認可されている物質が用いられる。

#### 【0034】

特定の場合においては、歯用要素を熱／化学的後処理に付すことは有利であり、その結果最適の物質(ミクロ)構造が達成されることが見出された。従って、好ましくは、歯用要素は、60～150℃、より好ましくは80～130℃の温度に短時間加熱される。

#### 【0035】

これらの代わりに又はこれらの補足として、好ましくは熱的高密度化(thermal compaction)が達成される。この目的で、歯用要素は、少なくとも250℃、好ましくは少なくとも400℃、より好ましくは少なくとも500℃に加熱される。この処理は、歯用要素が特に好ましい性質を得るのに寄与する。

#### 【0036】

上記した手順の一つにより歯用要素が形成されたとき、それが追加的に或る程度造形される必要が更にあることが起きるかもしれない。既に示したように、本発明が仕事を非常に正確に行うことを可能にすることが本発明の利点である。追

加的な造形は、それ故、従来使用されてきた技術においてよりも労力が少ないものであろう。追加的な造形が遂行され得る方法はなかならず、菌用要素の選択された材料に依存して、グラインダーがけ、やすりがけ、研磨、サンディング、ブラスト仕上げ又はボールベッドによる処理を含む。

#### 【0037】

本発明は、次の実施例において及びそれにより以下で説明されるであろう。

#### 【0038】

##### 実施例1

下記の組成を有する二つのバインダーが調製された。

A：ポリ酢酸ビニル (Optapix PA 4G)	2重量%
アルコール分 (エタノール)	36重量%
グリコール	2重量%
水	残部
B：ポリ酢酸ビニル (Optapix PA 4G)	2重量%
アルコール分 (エタノール)	34重量%
グリコール	1重量%
水	残部

#### 【0039】

組成物は、手で成分を加え、攪拌することにより調製された。ポリ酢酸ビニルを溶解するのに6～10時間を要した。アルコール含量によって、表面張力が、設定され得た（低表面張力が好ましいと分かった）。

#### 【0040】

##### 実施例2

バインドジェットプリンター（ZコーポレーションのZ402、米国、マサチューセッツ州、バーリントン）を用いて、順次バインダーA及びバインダーB（実施例1参照）と組み合わせて、アルミニウム粉末（タイプCT3000SG）を使用して二つの円筒が構成された。粉末の性質は次の通りである。

#### 【0041】

##### 【表1】

表1：化学的純度（重量%）

Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	>= 99.7
Na <sub>2</sub> O	0.09
SiO <sub>2</sub>	0.02
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.02
CaO	0.02
MgO	0.10

## 【0042】

粉末の物理的性質：

- 比表面エネルギー範囲BET：5.5～7.5 m<sup>2</sup>/g
- 中央値粒径（MPS）d<sub>50</sub>：0.5～0.7 μm シラス（Cilas）850
- 粒径d<sub>90</sub>：1.0～2.0 μm シラス850

粉末のセラミック特性：

- グリーン密度：2.22 g/cm<sup>3</sup>
- 焼結密度：3.90 g/cm<sup>3</sup>
- 収縮率：16.5%

## 【0043】

アルミナ粉末が、分配器（レーザーブレード／スノーシャベル／ドクターブレードのようなもの）を用いて、構造用ブラットホーム上に均一に分配される。その後で、施与されたバラバラな粉末の層は、コートされたローラー（ポリエステル最上層を有するテフロン（登録商標）ローラー）で圧縮され、その結果、バラバラな粉末の滑らかな、平坦な層（平坦にされたカスター糖のような）が形成される。この圧縮工程を通して、初期多孔度が実質的に低下され、これは、所謂、グリーン強度にとって有益である。この粉末層の層厚さは調整可能であり、0.0625 mmに設定された（このステップの大きさは、製品輪郭に追従する正確性を決定し、更により小さくあり得る）。

## 【0044】

構成物表面全体が新しい圧縮された粉末層を備えられた後で、バインダージェ

ットプリンター（Z Corp. の Z402、国際特許出願公開 WO-A-97/26302 参照）を用いてバインダーがバラバラな粉末に局部的に施与された。バインダー物質が印刷されるべき位置は、予めソフトウェアにより決定された。バインダーは、新規層内の粉末粒子がお互いに結合し、かつ更に、新規層が先行する層に接着されるように、バラバラな粉末中に深く浸入する。

#### 【0045】

使用されたカートリッジ及びバインダー物質について、バインダー量の最適条件は 100g 当たり 10×印刷であることが見出された。所与の層厚さにおけるバインダー量は、インクジェット 1 走行当たり  $0.0017\text{ g/cm}^2$  である。従って、10×インクジェットングにおいて、これは  $0.017\text{ g/cm}^2$  であり、製品の良好な一体性（それらがハンドリング可能である）をもたらす。

#### 【0046】

再コーティング及びインクジェット工程を繰り返すことにより、結局、完全な製品がグリーン（バインダー付き）の形態で構成される。

#### 【0047】

生産された円筒状製品は、16.4mm の直径及び 18mm の高さを有していた；質量は 5.3g である。実験は三度行われた。アルミナ円筒の多孔度は、最大で（圧縮の不存在で）45% である。圧縮は、より低い多孔度をもたらす（推定 55～70%）。

#### 【0048】

該中間製品は、その後、特定の温度・時間経路に従い脱バインダー及び焼結に付され、それにより 1 時間当たり  $120^\circ\text{C}$  の速度で  $1200^\circ\text{C}$  の温度まで加熱された。この温度が 120 分間維持され、次にやはり 1 時間当たり  $120^\circ\text{C}$  の速度で室温まで冷却された。焼結生成物は、次にガラスセラミックで溶浸されて、最終的な強度及び機械的性質を得る。得られた特性は、機能的菌用要素に課された標準を満足する。

## 【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern. Application No. PCT/NL 00/00585	
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC 7 A61C13/00 B29C67/00 A61K6/083	
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC	
<b>B. REELS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 A61C B29C A61K	
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched	
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)	
EPO-Internal, WPI Data, PAJ, COMPENDEX, INSPEC	
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>	
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages Patent to claim No.
X	US 5 690 490 A (BOYD GEORGE H ET AL) 25 November 1997 (1997-11-25) cited in the application column 4, line 30-46 column 5, line 19-22 column 5, line 35-61 figures 4,7 1-4, 17, 18
A	5,6,14
X	US 5 902 441 A (BREDT JAMES F ET AL) 11 May 1999 (1999-05-11) cited in the application column 1, line 44-48 column 2, line 24-38 figure 2 1
A	6
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.	
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another claim(s) or other special feature (as specified) "O" document relating to an oral discussion, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but offered to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step whose the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "Z" document member of the same patent family	
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
28 November 2000	05/12/2000
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.O. Box 5816 Patentplatz 2 NL - 2200 PH Rijswijk Tel (+31-20) 340-3940, Tx: 31 651 epo nl Fax: (+31) -70 340-3316	Authorized officer Chabus, H

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Internat. Application No.  
PCT/NL 00/00585

C. (Continuations) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 823 778 A (SCHMITT STEPHEN M ET AL) 20 October 1998 (1998-10-20) cited in the application column 2, line 21-28 -----	1
A	EP 0 431 924 A (MASSACHUSETTS INST TECHNOLOGY) 12 June 1991 (1991-06-12) cited in the application column 3, line 22-38 column 11, line 15-18 -----	5-8

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Internat. J. Application No.

PCT/NL 00/00585

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5690490	A	25-11-1997	NONE
US 5902441	A	11-05-1999	DE 29724176 U EP 0925169 A JP 200005737 T WO 9809798 A
			13-04-2000 30-06-1999 16-05-2000 12-03-1998
US 5823778	A	20-10-1998	NONE
EP 0431924	A	12-06-1991	US 5204055 A CA 2031562 A, C DE 69025147 D DE 69025147 T JP 2729110 B JP 6218712 A US 5340656 A US 6036777 A US 5807437 A US 5387380 A
			20-04-1993 09-06-1991 14-03-1996 05-09-1996 18-03-1998 09-08-1994 23-08-1994 14-03-2000 15-09-1998 07-02-1995

## フロントページの続き

(81)指定国 EP(AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AP(GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW